

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPPI are not responsible for any  
error caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] The glass flake characterized by forming in a front face glass component elution prevention covering by one sort or two sorts or more of metallic oxides chosen from a silica, an alumina, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide.

[Claim 2] It is the glass flake which said covering is mass % to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1, and is covered with 0.1 - 30%.

[Claim 3] It is the glass flake which said covering is mass % to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1, and is covered with 0.5 - 25%.

[Claim 4] It is the glass flake which said covering is mass % to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1, and is covered with 1 - 20%.

[Claim 5] It is the glass flake in which said covering is formed by the metal salt method in the glass flake according to claim 1.

[Claim 6] It is the glass flake with which the functional film according [ said glass flake ] to an inorganic material beforehand is given in the glass flake according to claim 1, and said metallic oxide is covered on it.

[Claim 7] It is the glass flake which said functional film consists of a titania in a glass flake according to claim 6, and has the color tone of a pearl tone.

[Claim 8] Said glass flake is a glass flake 1-300 micrometers and whose aspect ratio 0.1-2.5 micrometers and mean particle diameter are 10-500 in a glass flake according to claim 1 for average thickness. However, an aspect ratio is defined as mean particle diameter / average thickness.

[Claim 9] Cosmetics characterized by blending the glass flake of a publication with either of claims 1-8.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a glass flake and the cosmetics which blended it.

[0002]

[Description of the Prior Art] A glass flake is the very fine glass ingredient of micron order of the thickness.

[0003] This glass flake will present the color tone of a pearl tone, if a titania is covered by the front face. The goods which have a pearl tone are offered by blending the glass flake of this pearl tone with cosmetics or resin.

[0004] For example, the ultraviolet-rays electric shielding pigment which comes to coat a glass flake particle titanium oxide is indicated by JP,62-187770,A. However, a feeling of pearly luster has coated the titanium oxide of the amount which is not discovered as a matter of fact. It is indicated that this glass flake is useful as a cosmetics raw material.

[0005] Moreover, the glass flake which has the rutile mold TiO two-layer of 50-250A thickness on a front face is indicated by JP,11-130978,A. It is indicated that this glass flake is used as a pearl tone resin constituent and a pearl tone pigment used for a coating.

[0006] By the way, metallic-coating flake-like glass is indicated by JP,5-306134,A and JP,5-306143,A. Specifically, it is in these official reports that it is applicable not only to metallic-coating flake-like glass but the metallic-coating flake-like glass covered with ingredients by the sol gel process, such as SiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>, to this as this metallic-coating flake-like glass.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Since the glass flake which is the ingredient of micron order has a very large specific surface area (surface area per unit mass), the elution to the external world of the glass component or the component added or given on the occasion of processing happens. For this reason, the problem was produced in safety or a property, or the leached moiety affected the ingredient with which others contact, and the case where this glass flake cannot be used etc. has arisen.

[0008] Moreover, in cosmetics, the demand to insurance is increasing, and when the cosmetics which blended the glass flake which coated said titania are applied to up to the skin, we are anxious about the elution of boron oxide among the constituents of the glass flake of a base material in recent years.

[0009] By the way, as a class of glass flake, although there are C glass flake and E glass flake by Nippon Sheet Glass Co., Ltd., as for C glass, E glass contains boron oxide 5 to 13% 0 to 8% (based on the catalog of Nippon Sheet Glass Co., Ltd. and a micro glass).

[0010] Moreover, according to the "cosmetics classification combination component specification" (Yakuji Nippo, Ltd., April 18, Heisei 9 issue) by the Pharmaceutical Affairs Bureau examination division editorial supervision, the convention of the amount of elution boron of 20 ppm or less appears in the item of "boron nitride."

[0011] In addition, about the glass which is the base material of a pearl tone glass flake, there is no convention of the amount of elution boron in the "glass end" of a homonymy rank. However, from a viewpoint on insurance, the elution volume has not been exceeded to few things.

[0012] Moreover, there is crystal system of an anatase mold or a rutile mold in titanium oxide. When coating a base material front face with the rutile type titanium dioxide which a refractive index is high and shows a stronger pearl tone, tin may be used as a catalyst. Tin is heavy metal and a problem is in safety.

[0013] In such a glass flake, it is important for the heavy metal used when giving the boron oxide contained in a glass component, and various functions to prevent the elution of other components.

[0014] However, as a result of giving a means to prevent elution, neither the property (a color, brightness, feeling of a pearl) as a pigment nor the property (the feeling of a skid on the skin, feeling of a fit) as a cosmetics raw material must not be spoiled.

[0015] Although the glass flake which has TiO two-layer is indicated in JP,11-130978,A mentioned above, elution of a glass component cannot be prevented in TiO two-layer.

[0016] Moreover, in the metallic-coating flake-like glass which was indicated by JP,5-306134,A and JP,5-306143,A and which coated the protection enveloping layer, metallic coating oxidizes, and a protection enveloping layer is prepared in order to prevent a color tone changing.

[0017] Then, this invention aims at offer of the glass flake which can prevent the elution of the component used when giving the elution of a glass component, and further various functions.

[0018]

[Means for Solving the Problem] this invention persons found out that the elution of components, such as boron in glass and tin as a catalyst, could be prevented by covering the front face of a glass flake with one sort or two sorts or more of metallic oxides chosen from a silica, an alumina, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide, as a result of inquiring wholeheartedly in view of the safety as said cosmetics raw material, a property, and the property as a pigment.

[0019] Moreover, even if it covers a glass flake with said metallic oxide, neither properties, such as a color as a pearl tone pigment and brightness, nor a feeling of a skid nor a feeling of a fit is spoiled. Therefore, the glass flake by this invention is usable as a cosmetics raw material, and, moreover, excellent in safety.

[0020] That is, this invention is a glass flake characterized by forming in a front face glass component elution prevention covering by one sort or two sorts or more of metallic oxides chosen from a silica, an alumina, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide as invention of claim 1.

[0021] As invention of claim 2, said covering is a glass flake which is mass % and is covered with 0.1 - 30% to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1.

[0022] As invention of claim 3, said covering is a glass flake which is mass % and is covered with 0.5 - 25% to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1.

[0023] As invention of claim 4, said covering is a glass flake which is mass % and is covered with 1 - 20% to the glass flake before covering in a glass flake according to claim 1.

[0024] As invention of claim 5, said covering is a glass flake currently formed by the metal salt method in a glass flake according to claim 1.

[0025] As invention of claim 6, said glass flake is a glass flake with which the functional film by the inorganic material is given beforehand, and said metallic oxide is covered on it in a glass flake according to claim 1.

[0026] As invention of claim 7, said functional film is a glass flake which consists of a titania and has the color tone of a pearl tone in a glass flake according to claim 6.

[0027] As invention of claim 8, said glass flake is a glass flake 1-300 micrometers and whose aspect ratio 0.1-2.5 micrometers and mean particle diameter are 10-500 in a glass flake according to claim 1 for average thickness. However, an aspect ratio is defined as mean particle diameter / average thickness.

[0028] They are the cosmetics characterized by blending the glass flake of a publication with either of claims 1-8 as invention of claim 9.

[0029] In addition, Field of application of the glass flake by this invention is applied to the following fields, without being restricted to cosmetics. That is, it is possible to use it as the filler and pigment which are applied to the application as which the safety of a package of food, cosmetics, and drugs, the resin, a film, a coating, ink of a container, etc., etc. is required.

[0030] Moreover, it can be used also as fillers and pigments, such as resin of the electron, electrical and electric equipment, and the semi-conductor field which dislikes the elution of alkali or a minor constituent, a film, a coating, and ink.

[0031] In addition, elution, such as the glass flake itself and a minute amount addition component in the case of the processing, is available in the field used as a problem.

[0032]

[Embodiment of the Invention] Especially limitation is not carried out as a glass flake before forming glass component elution prevention covering applied to this invention. Consideration of using it as a cosmetics raw material uses suitably the glass flake which has the following presentation and configurations. That is, about a silica (SiO<sub>2</sub>), 45-75 mass % content, it carries out and a base material is the glass flake 1-300 micrometers and whose aspect ratio 0.1-2.5 micrometers and mean particle diameter are 10-500 for average thickness. An aspect ratio is defined as "mean particle diameter / average thickness" here.

[0033] In addition, a titania is beforehand covered on this glass flake front face, and it is good for it also as a glass flake with the color tone of a pearl tone.

[0034] By forming in the front face of this glass flake covering of one sort or two sorts or more of metallic oxides chosen from a silica, an alumina, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide, the elution of a glass component was able to be prevented so that more clearly than the example mentioned later. Moreover,

even if it blends with cosmetics, it is the glass flake which spoils neither a color and brightness nor a feelin of a skid and a feeling of a fit by having formed covering of a metallic oxide.

[0035] Moreover, not only a glass component but the elution of the tin used as a catalyst in case a rutile ty, titanium dioxide is coated was able to be prevented so that more clearly than the example mentioned later.

[0036] It is desirable to be a mass rate and to give about 0.1 - 30% of covering to the glass flake before covering, as an amount covered with a metallic oxide. This amount of the elution prevention effectiveness small at below 0.1 mass %.

[0037] On the other hand, if the amount of covering of a silica exceeds 30 mass %, a crack will go into covering and it will become easy to separate. Moreover, the raw material used for covering formation increases, and it becomes cost quantity. Moreover, in the pearl tone glass flake which coated the titania, for example, if amount of covering 30 mass % is exceeded, the brightness as a pearl tone glass flake will decrease, and the effectiveness as photoluminescent pigment will fade.

[0038] As an amount of covering of a silica, 0.5 - 25 mass % is more desirable, and 1 - 20 mass % is the most desirable.

[0039] the approach of depositing an oxide on a fine-particles front face from a metal salt as the formation approach of an enveloping layer, a sol gel process, a CVD method, and LPD -- general approaches, such as law, can be used.

[0040] As a method of forming the silica film, the following approaches can be illustrated, for example. That is, as shown in JP,46-9555,B, it is the approach (metal salt method) of adding a specific silicate (water glass) to a fine-particles slurry under alkali, and depositing a silica on a fine-particles front face.

[0041] Moreover, as shown in JP,48-32415,B, it is the approach (sol gel process) of throwing in the mixture of fine particles and tetra-alkoxysilane in a basic solution, and making the coat of a silica forming in a fine-particles front face by hydrolysis of tetra-alkoxysilane.

[0042] Furthermore, as shown in JP,3-066764,A, it is the approach (LPD law) of making fine particles suspending in a \*\* hydrofluoric-acid solution, raising temperature, shifting [ add a boric acid and aluminum, or ] a balance, and making a silica forming on fine particles.

[0043] Covering can be formed by the same approach only by changing a raw material also about covering by metallic oxides, such as other aluminas, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide.

[0044] This covering may be carried out further and multilayer structure is sufficient as it. Furthermore, it is good also as covering which mixes a raw material and makes the complex of two or more sorts of metallic oxides. In this case, it is good to choose the combination of a suitable metallic oxide in order to double the purpose which improves concordance with other ingredients in the case of mixing a glass flake with other things, and a refractive index.

[0045] If the pearl tone glass flake which comes to cover this metallic oxide is blended with cosmetics, it will be lost that a glass component is eluted. And it is clear, clear coloring is shown, there is no feeling of a rough deposit, and it becomes the cosmetics which were excellent in the mileage to the skin, and a feeling of adhesion.

[0046] The loadings to the cosmetics of this pearl tone glass flake are one to 100 mass [ in the cosmetics whole quantity ] %. In addition, in 100% of loadings, it is the application upwards which attached foundation and sprinkles a pearl tone glass flake when using a pearl tone glass flake as cosmetics as it is.

[0047] As cosmetics to which the glass flake of this invention is applied, cosmetics of the broad range, such as FESHARU cosmetics, makeup cosmetics, and hair cosmetics, are mentioned. For example, it is preferably applied to makeup cosmetics, such as foundation, face powder, eye shadow, a brusher, makeup base, nail enamel, an eyeliner, mascara, a lip stick, and fancy powder.

[0048] This pearl tone glass flake may perform hydrophobing processing suitably according to the purpose of cosmetics. As the approach of hydrophobing processing, these compound processings are mentioned to approaches, such as processing by processing by high molecular compounds, such as processing by surface active agents, such as processing with silicone compounds, such as methyl hydrogen polysiloxane, hyperviscous silicone oil, and silicone resin, an anion activator, and a cation activator, nylon, polymethylmethacrylate, polyethylene, a fluororesin, and polyamino acid, a perfluoro radical content compound, lecithin, a collagen, metallic soap, the oleophilic wax, polyhydric-alcohol partial ester, or perfect ester, and a pan. However, it is not limited to these approaches that what is necessary is just an approach applicable to hydrophobing processing of powder generally.

[0049] Other components usually used for the cosmetics other than the aforementioned pearl tone glass flake can be suitably blended with the cosmetics of this invention if needed. As other components, inorganic powder, organic powder, a pigment, coloring matter, an oily component, an organic solvent, resin, a

plasticizer, etc. are mentioned.

[0050] For example, as inorganic powder, talc, a kaolin, a sericite, a muscovite, phlogopite, lepidolite, a biotite, a lithia mica, a vermiculite, a magnesium carbonate, a calcium carbonate, \*\* sow soil, a magnesium silicate, a calcium silicate, aluminum silicate, silicic acid barium, a barium sulfate, silicic acid strontium, a tungstic-acid metal salt, a silica, hydroxyapatite, a zeolite, boron nitride, ceramic powder, etc. are mentioned.

[0051] Moreover, as organic powder, nylon powder, polyethylene powder, polystyrene powder, benzoguanamine powder, polytetrafluoroethylene powder, JISUCHIREN benzene polymer powder, epoxy powder, acrylic powder, etc. are mentioned.

[0052] As a pigment, inorganic white pigments, such as titanium oxide, such as microcrystalline cellulose, and a zinc oxide, Inorganic red system pigments, such as ferrous oxide (red ocher) and titanic-acid iron, and inorganic brown system pigments, such as gamma ferric oxide, Inorganic black system pigments, such as inorganic yellow system pigments, such as yellow oxide of iron and ocher, and black oxide of iron, carbon black, Inorganic purple system pigments, such as mango violet and cobalt violet, Inorganic green system pigments, such as chromic oxide, chromium hydroxide, and titanic-acid cobalt, Inorganic blue system pigments, such as ultramarine blue and Berlin blue, and a titanium oxide covering mica, titanium oxide covering bismuth oxychloride, Metal powder pigments, such as pearl pigments, such as bismuth oxychloride, titanium oxide covering talc, a scales foil, and a coloring titanium oxide covering mica, and aluminum powder, kappa powder, etc. are mentioned.

[0053] As coloring matter, red No. 201, red No. 202, red No. 204, red No. 205, Red No. 220, red No. 226, red No. 228, red No. 405, orange No. 203, Organic pigments, such as orange No. 204, yellow No. 205, yellow No. 401, and blue No. 404, Red No. 3, red No. 104, red No. 106, red No. 227, red No. 230, Natural coloring matter, such as organic pigments, such as a zirconium of red No. 401, red No. 505, orange No. 205, yellow No. 4, yellow No. 5, yellow No. 202, yellow No. 203, green No. 3, and blue No. 1, barium, or an aluminium lake, chlorophyll, and beta carotene, etc. is mentioned.

[0054] Furthermore, as an oily component, squalane, a liquid paraffin, vaseline, A micro crystallin wax, an OKEZO light, a ceresin, a myristic acid, A palmitic acid, stearin acid, oleic acid, isostearic acid, cetyl alcohol, Hexadecyl alcohol, oleyl alcohol, 2-ethylhexanoic acid cetyl, Palmitic-acid 2-ethylhexyl, myristic-acid 2-octyldodecyl, G 2-ethylhexanoic acid neopentyl glycol, tree 2-ethylhexanoic acid glycerol, Oleic acid-2-octyldodecyl, myristic-acid isopropyl, Tori isostearic acid glycerol, Various hydrocarbons, such as Tori palm-oil-fatty-acid glycerol, olive oil, an avocado oil, yellow bees wax, myristic-acid Millis Chill, a mink oil, and lanolin, silicon oil, a higher fatty acid, the ester of fats and oils, higher alcohol, a low, etc. are mentioned.

[0055] Moreover, plasticizers, such as resin, such as organic solvents, such as an acetone, toluene, butyl acetate, and acetic ester, alkyd resin, and a urea-resin, camphor, and acetyl tributyl citrate, an ultraviolet ray absorbent, an antioxidant, antiseptics, a surfactant, a moisturizer, perfume, water, alcohol, a thickener, etc. are mentioned.

[0056] As cosmetics by this invention, gestalten, such as the shape of powder and a cake and a pencil and a stick and ointment, a liquid, a milk liquid, and a cream, can be mentioned.

[0057]

[Example] Although an example and the example of a comparison are shown below and this invention is explained more to a detail, unless the summary of this invention is exceeded, it is not limited to the following examples.

[0058] (Example 1) - (example 8) -- the pearl tone glass flake was produced first. That is, C glass was fused at 1200 degrees C, and it flake-ized in predetermined thickness by blowing to a cylindrical shape, extension-thin-film-izing, and carrying out cooling solidification. Grinding classification of this was carried out and the glass flake with predetermined thickness, particle size, and an aspect ratio was produced. The glass flake front face was made to cover the titania of various thickness by making that glass flake suspend in a sulfuric-acid titanyl solution, heating this suspension, and making it boil for 1 hour. After filtration rinsing, it dried, this was heat-treated for 30 minutes at 600 more degrees C, and the pearl tone glass flake was obtained.

[0059] Coloring changes with thickness of the titania to cover. Furthermore, since specific surface area changes with the thickness and particle size of a base material consequently, covering thickness also differs. For this reason, having sampled the titania covering glass flake out of suspension suitably, and looking at that amorous glance, the addition of sulfuric-acid titanyl was adjusted and the pearl tone glass flake of the color tone of arbitration was obtained.

[0060] The silica was covered with the following approaches to the obtained pearl tone glass flake. That is 0.5l. of purified water was made to suspend pearl tone glass flake 50g, it kept at 75 degrees C with the water bath, and the specific silicate solution (silica 37.1% per part, Wako Pure Chem make) was considered as a part for a silica there, weighing capacity was carried out so that it might become predetermined mass % to a pearl tone glass flake, and what was diluted with purified water 10 times was added slowly. Under the present circumstances, it advanced, keeping pH of suspension at 9.2-9.4 with a hydrochloric acid 3.5%. Churning was continued for 30 minutes at 75 degrees C after addition.

[0061] Then, after having filtered suspension through the filter paper, taking out and rinsing the fine-particles solid and making pH into neutrality, the pearl tone glass flake which dried at 100 more degrees C for 2 hours, and was covered with the silica was obtained.

[0062] The following approaches estimated the pearl tone glass flake with the various thickness covered with the silica of the produced various mass rates, particle size, and an aspect ratio.

[0063] <Boron elution volume> The testing liquid was prepared according to the approach of the amount of purity test (4) elution boron of cosmetics classification combination component specification "boron nitride", and quantitative analysis of it was carried out with the atomic absorption method.

[0064] The preparation of a testing liquid is as follows.

(1) Carry the watch glass made of a fluoroiresin and heat on a hot plate for 1 hour, after adding ethanol 10ml for 2.5g of test samples for the beaker made of a fluoroiresin, stirring, adding 40ml of water and stirring it further.

(2) After radiationnal cooling, filter, wash the residue with little water, and double a washings with filtrate.

(3) Filter this liquid with a membrane filter (0.22 micrometers) further.

(4) For the beaker made of a fluoroiresin, add 1ml of sulfuric acids and boil the filtrate whole quantity for 10 minutes on a hot plate.

(5) Water is added, and it is correctly referred to as 50ml, and let this be a testing liquid, after putting this solution into the measuring flask made from polyethylene after radiationnal cooling, washing the beaker made of a fluoroiresin with little water and doubling with the measuring flask made from polyethylene.

[0065] <Measurement of the color difference and lightness> Sample 5g was mixed with 45g (the Nippon Paint Co., Ltd. make, acrylic auto clear spur) (solid content mass) of acrylic resin, and fully carried out churning mixing with the paint shaker, this mixed solution was applied in the concealment measurement paper by the 9-mil applicator, and the paint film was made to form.

[0066] A hue (a value, b value) and lightness (L value) were measured for this paint film with CRby Minolta Co., Ltd. 300 color color difference meter, and the color difference with the pearl tone glass flake (a0, b0, L0) which does not cover a silica was searched for by the following formula.

[Formula 1]

Color difference  $\Delta E = \sqrt{(a-a_0)^2 + (b-b_0)^2 + (L-L_0)^2}$  [0067] Moreover, this paint film was observed visually and brightness was expressed with the following criteria.

O : O: There is brightness with brightness which glittered very much and with which it shines which glittered.

\*\*: There is some brightness.

x: Remainder brightness is sensed and there is no \*\*.

[0068] Thus, the measurement result of the boron elution volume of the produced silica covering pearl tone glass flake and the pearl tone glass flake which does not cover a silica is shown in Table 1. Furthermore, the measurement result of color difference  $\Delta E$  in a silica covering pearl tone glass flake is collectively shown in Table 1.

[0069] As an example of a comparison, it is the same as that of the examples 2 and 8 mentioned above. (Examples 1-3 of a comparison) To the pearl tone glass flake (examples 1 and 2 of a comparison) which does not cover a silica, and the same pearl tone glass flake as an example 8 The boron elution volume in the pearl tone glass flake (example 3 of a comparison) which covered the silica of 50 mass % with the approach of the example mentioned above, and the measurement result of color difference  $\Delta E$  were similarly shown in Table 1.

[0070] Table 1 showed that the elution in which all the pearl tone glass flakes that covered the silica are 1.d. (0.25 ppm or less of determination limits), and the elution volume of boron is accepted had not happened. On the other hand, in the examples 1 and 2 of a comparison which have not covered the silica, the elution volume of boron is over 20 ppm, and is over 20 ppm of specification of the amount of cosmetics classification combination component specification "boron nitride" purity test (4) elution boron.

[0071] Moreover, if the amount of covering of a silica is one to 30 mass %, as compared with the case where a silica is not covered, color difference  $\Delta E$  is three or less, and there is no big hue change and it

can be used as a pigment like the original pearl tone glass flake. On the other hand, in the example 3 of a comparison which did 50 mass % covering of a silica, it can recognize that the color difference has deltaE by those with 4.5, and appearance. Moreover, although it is small, reduction in brightness is seen. If it is used by the same combination as the original pearl tone glass flake, colors will differ.

[0072]

[Table 1]

Many properties of the pearl tone glass flake which covered the silica ----- example 1  
 2 3 4 5 6 ----- Average thickness (micrometer) 2.3 2.3 2.3 1.3 0.4 0.6 mean particle diameter (micrometer) 450 80 40 25 40 80 aspect ratio 196 35 17 19 100 113 reflected colors silver Silver silver Yellow Green green silica mass % 13 33 6 15 boron elution volume ppm n.d. n. d. n.d. n. d. n. d. color difference deltaE 0.51.3 1.0 1.5 2.02.5 brightness O O O O O O Example 1

Example of 8 comparisons 12 3 ----- Average thickness (micrometer) 2.3 1.3 2.3 1.3

1.3 mean particle diameter (micrometer) 450 80 80 80 80 aspect ratios 196 62 35 62 62 reflected colors

Blue Red Silver Red Red silica mass % 3 20 0 0 50 boron elution volume ppm n.d. n. d. 36 26 n. d. color

difference deltaE 1.22.8 - - 4.5 brightness O O O O O notes n.d.: It is [0073] below a determination limit (0.25 ppm). (Example 9) - (example 14) -- the glass flake produced by the approach of the example mentioned above was processed by the following approaches, and the tin content pearl tone glass flake was produced. That is, with dilute hydrochloric acid, it added in a stannous chloride and 1l. of 200 ppm solutions of dihydrates adjusted to pH2, and with average thickness [ of 1.3 micrometers ] and a mean particle diameter of 80 micrometers C glass flake 100g was filtered after churning for 10 minutes. Next, said glass flake was added in 1l. of 15 ppm solutions of a hexachloroplatinic acid and 6 hydrates, and it filtered after churning for 10 minutes in them.

[0074] Then, the glass flake which carried out said processing was added in 1l. of water solutions which set pH to about 1 with the hydrochloric acid, and the temperature up of the solution temperature was carried out to them to 75 degrees C. The titanium-tetrachloride (TiCl4) solution was added slowly there, and titanium oxide was made to cover. A sodium hydroxide is added suitably and it was made for pH not to change at this time. Then, it filtration-rinsed, dried, it heat-treated for 30 minutes at 600 more degrees C, and the pearl tone glass flake was obtained. The rutile mold titania deposited by this approach.

[0075] Having sampled the titania covering glass flake out of suspension suitably, and looking at the amorous glance for the same reason as explanation of the example mentioned above, the addition of a titanium tetrachloride was adjusted and the pearl tone glass flake of the color tone of arbitration was obtained.

[0076] The color difference with the pearl tone glass flake when covering a silica with the same approach as the example 1 which mentioned above the obtained pearl tone glass flake, and not covering a boron elution volume, a tin elution volume (the measuring method being as follows), and a silica was measured, and brightness was observed. The result is shown in Table 2.

[0077] < Tin elution volume > The cosmetics classification combination component specification "end of glass" purity test (3) lead The testing liquid was prepared according to the approach and quantitative analysis of it was carried out by ICP. That is, it filters, after taking sample 1.0g, adding 30ml of water, and 3ml of hydrochloric acids and boiling for 20 minutes. The residue was washed with little water, the washings was doubled with filtrate, this was made into the testing liquid, and quantitative analysis was carried out by ICP.

[0078] It is the same as that of the examples 10 and 13 mentioned above as an example of a comparison. (Example 4 of a comparison) - (example 6 of a comparison) -- It is the same as that of the pearl tone glass flake (examples 4 and 5 of a comparison) which does not cover a silica, and the example 13 mentioned above. By the approach of the example mentioned above, boron elution volume [ in the pearl tone glass flake (example 6 of a comparison) which covered the silica of 50 mass % ], tin elution volume, and color difference deltaE, and the measurement result of brightness were similarly shown in Table 2.

[0079] The elution volume of boron is n.d. (0.25 ppm or less of determination limits), and, as for all the pearl tone glass flakes that covered the silica, the table showed that the elution accepted had not happened. On the other hand, in the examples 4 and 5 of a comparison which have not covered the silica, the elution volume of boron is over 20 ppm, and is over 20 ppm of specification of the amount of cosmetics classification combination component specification "boron nitride" purity test (4) elution boron.

[0080] Moreover, about the elution volume of tin, the pearl tone glass flake which covered the silica is 8-15 ppm, and it turned out that the elution volume is prevented considerably to the examples 4 and 5 of a comparison which are not comparing the silica being over 20 ppm.

[0081] Moreover, if the amount of covering of a silica is one to 30 mass %, as compared with the case

where a silica is not covered, color difference  $\Delta E$  is three or less, and there is no big hue change and it can be used as a pigment like the original pearl tone glass flake. On the other hand, in the example 3 of a comparison which did 50 mass % covering of a silica, it can recognize that the difference of a color has  $\Delta E$  by those with 4.1, and appearance. If it is used by the same combination as the original pearl tone glass flake, colors will differ.

[0082]

[Table 2]

Many properties of the tin content titania covering glass flake of various configurations

example 9 10 11 12 13 14 Average thickness (micrometer) 2.3 2.3 2.3 1.3  
 1.3 0.6 mean particle diameter (micrometer) 450 80 40 25 80 80 aspect ratios 196 35 17 19 62 113  
 reflected colors Silver Silver Silver Yellow Red Green silica mass % 1 3 3 3 6 15 boron elution volume ppm  
 n.d. n.d. n. d. n. d. n. d. tin elution volume ppm 8 6 6 15 12 The 18 color difference  $\Delta E$  0.4 1.0 1.0 1.3  
 1.8 2.6 brightness O O O O O Example of comparison 4 5 6

Average thickness (micrometer) 2.3 1.3 1.3 mean particle diameter (micrometer) 80 80 80 aspect ratios 35 62 62 reflected colors Silver Red Red silica mass % 0 0 50 boron elution volume ppm 33 28 n. d.  
 tin elution volume ppm 22 26 11 color-difference  $\Delta E$  - 4.1 brightness O O O

notes n.d.: It is [0083] below a determination limit (0.25 ppm). (Example 15) What 0.5l. of purified water was made to suspend with average thickness [ of 1.3 micrometers ] and a mean particle diameter of 80 micrometers red coloration pearl tone glass flake 50g, kept at 75 degrees C with the water bath, and diluted 4g (silica 37.1% per part, Wako Pure Chem make) (it is 3 mass % to a pearl tone glass flake as a part for a silica) of specific silicate solutions with purified water 10 times there was added slowly. Under the present circumstances, it advanced, keeping pH of suspension at 9.2-9.4 with a hydrochloric acid 3.5%. Churning was continued for 30 minutes at 75 degrees C after addition, and the silica was covered.

[0084] Then, the solution which diluted 1.8g (it is 2 mass % to a pearl tone glass flake as an alumina) of aluminum chloride 6 hydrates with purified water 20 times was dropped slowly. It advanced at this time, keeping pH at 5.3-5.7 in a sodium-hydroxide water solution 5%. After addition, churning was continued for 30 minutes at 75 degrees C, and the alumina was covered. Then, after having filtered suspension through the filter paper, taking out and rinsing the fine-particles solid and making pH into neutrality, it dried at 100 degrees C for 2 hours. In this way, the pearl tone glass flake in which covering which consists of two-layer [ of silica covering and alumina covering ] was formed was obtained.

[0085] The boron elution volume of this pearl tone glass flake was n.d. (0.25 ppm or less of determination limits). Moreover, color difference  $\Delta E$  with the pearl tone glass flake which has not been covered is 1.8, and there was no color difference to the extent that it is visible.

[0086] (Example 16) 100ml of purified water was mixed to two mols of zirconium hydrofluoric acids, it kept at 35 degrees C, with average thickness [ of 1.3 micrometers ] and a mean particle diameter of 80 micrometers red coloration pearl tone glass flake 10g was added there, and it agitated for 2 hours. Then, after having filtered suspension through the filter paper, taking out and rinsing the fine-particles solid and making pH into neutrality, the pearl tone glass flake which dried at 100 degrees C for 2 hours, and was covered with the zirconia was produced.

[0087] Since not all the reactants of the added zirconium hydrofluoric acid covered with the approach by this LPD method on the fine-particles front face, in order to investigate the amount of covering, it observed with the electron microscope. Consequently, the covering thickness of a zirconia was about 50nm. When the amount of covering was calculated from now on, it was about 17 mass %.

[0088] The boron elution volume of the pearl tone glass flake covered with this zirconia was n.d. (0.25 ppm or less of determination limits). Moreover, color difference  $\Delta E$  with the pearl tone glass flake which does not cover a zirconium is 1.5, and there was no color difference to the extent that it is visible.

[0089] Next, the glass flake (pearl tone glass flake) covered with the metallic oxide is explained below about the cosmetics blended as a pearly luster pigment. Evaluation of cosmetics followed the item of Table 3 in five steps of organic-functions evaluations of 1-5 by ten panelists.

[0090]

[Table 3]

\*\* evaluation criteria Mileage A feeling of adhesion Smoothness Brightness

Beauty evaluation [ of a color ] \*\* 1 [ bad ] There is nothing. There is nothing.  
 There is nothing. It is dirty. 2 It is a little bad. There is nothing a little. There is nothing a little. There is nothing not much. It is a little somber. 3 Usually Usually Usually It is a little. Usually 4 -- a little good It is a little. It is a little. It is. Beautiful 5 Good It is very much. It is very much. Very high very much -- beautiful

[0091] The result was expressed with the average of five-step evaluation of ten

persons as follows.

O - [ -- Less than / or more 1.5 2.5 / x / -- Less than / 1.0 or more / 1.5 [0092] ] It is O to 5.0 4.5 or more. -- Less than [ or more 3.5 4.5 ] - -- Less than [ or more 2.5 3.5 ]\*\* (Example 17: Powder foundation) The powder foundation which consists of each component shown below was prepared.

(1) Titanium oxide 7 (2) talc 20 (3) muscovites Pearl tone glass flake of the 3 (4) example 2 55(5) nylon powder 2(6) red iron oxide 0.5 (7) Synthetic Ochre 1 (8) black iron oxide 0.1 (9) silicone oils 1(10) BAL MICHIN acid 2-ethylhexyl 9 (11) sorbitan sesquioleate 1 (12) antiseptics 0.3 (13) perfume 0.1 (mass %) [0093] Component (1) - (8) was mixed with the Henschel mixer, after carrying out addition mixing of what carried out heating dissolution mixing of component (9) - (13) to this mixture, the pulverizer ground, this was fabricated by the pressure of 0.1568Pa (= 160kg/cm<sup>2</sup>) to the with a diameter of 5.3mm inside pan, and powder foundation was obtained.

[0094] (Example 7 of a comparison) What permuted the pearl tone glass flake of a component (4) by the pearl tone glass flake of the example 1 of a comparison was produced like the example 17 as an example 7 of a comparison during the formula of an example 17. The result of the organoleptics of an example 17 and the example 7 of a comparison is shown in Table 3.

[0095] Table 3 showed the powder foundation by this invention not having the powder foundation and the difference which blended the pearl tone glass flake which has not covered the silica in all fields, and excelling in the beauty of mileage, a feeling of adhesion, smoothness, brightness, and a color.

[0096]

[Table 4]

Mileage	Feeling of adhesion	Smoothness	Brightness	Beauty of a color	Example
17	O O O O O	Example 7 of a comparison	O O O O O		[0097] (Example 18: Brusher)

The brusher which consists of each following component was prepared.

(1) Talc 12.6 (2) sericites 8.1 (3) micas Pearl tone glass flake of the 25.4 (4) example 2 45.0 (5) red No. 226 0.4 (6) squalane 3.0(7) palmitic-acid 2-ethylhexyl 5.0 (8) antiseptics 0.3 (9) perfume 0.2 (mass %)

[0098] Component (1) After having mixed - (5) with the Henschel mixer, spraying what carried out heating dissolution mixing of component (6) - (9) to this mixture and mixing further, the pulverizer ground, it fabricated by the pressure of 0.1176Pa (= 120kg/cm<sup>2</sup>) to the inside pan of 4x6cm, and the brusher in connection with this invention was obtained.

[0099] (Example 8 of a comparison) What permuted the pearl tone glass flake of a component (4) by the pearl tone glass flake of the example 1 of a comparison was produced like the example 18 as an example 8 of a comparison during the formula of an example 18. The result of the organoleptics of an example 18 and the example 8 of a comparison is shown in Table 5.

[0100] Table 5 showed the brusher by this invention not having the brusher and difference which blended the pearl tone glass flake which has not covered the silica in all fields, and excelling in the beauty of mileage, a feeling of adhesion, smoothness, brightness, and a color.

[0101]

[Table 5]

Mileage	Feeling of adhesion	Smoothness	Brightness	Beauty of a color
example 18	O O O O O	Example 8 of a comparison	O O O O O	

- [0102] (Example 19: Nail enamel) The nail enamel which consists of the following components was prepared.

(1) A nitrocellulose 12(2) conversion alkyd resin 12 (3) acetyl tributyl citrate 5 (4) n-butyl acetate 36.4 (5) ethyl acetate 6(6) n-butyl alcohol 2 (7) toluene 21 (8) iron oxide pigments 0.5 (9) titanium dioxides Pearl tone glass flake of the 0.1 (10) example 8 3 (11) micas 1(12) organic conversion montmorillonite 1 (mass %)

[0103] Component (1) - (7) (in part [ however, a component (4) ]) was dissolved, addition mixing of what mixed the remainder of a component (12) and a component (4) in this solution, and was made into gel was carried out, addition mixing of component (8) - (11) was carried out further, the container was filled up, and the nail enamel in connection with this invention was obtained.

[0104] (Example 9 of a comparison) What permuted the pearl tone glass flake of a component (10) by the pearl tone glass flake of the example 5 of a comparison was produced like the example 19 as an example 9 of a comparison during the formula of an example 19. The result of the organoleptics of an example 19 and the example 9 of a comparison is shown in Table 5.

[0105] It turned out that the nail enamel by this invention does not have the nail enamel and the difference which blended the pearl tone glass flake which has not covered the silica in all fields, and Table 6 is excelled in the beauty of mileage, a feeling of adhesion, smoothness, brightness, and a color.

[0106]

[Table 6]

Mileage Feeling of adhesion Smoothness Brightness The beauty of a color  
example 19 O O O O O Example 9 of a comparison O O O O O

[0107]

[Effect of the Invention] The elution of the glass component of a glass flake was able to be prevented by having formed glass component elution prevention covering by one sort or two sorts or more of metallic oxides chosen from a silica, an alumina, a zirconia, a zinc oxide, and cerium oxide on the surface of the glass flake so that clearly from the above explanation. Moreover, the elution of the tin used in the case of titania covering formation was also able to be prevented.

[0108] Therefore, the glass flake by this invention can be used as a safe ingredient. And coloring which there is no dullness which does not have a conventional glass flake and inferiority considering this glass flake as a cosmetics raw material, and became clear is shown, there is no feeling of a rough deposit, and the cosmetics which are excellent in the mileage to the skin and a feeling of adhesion are obtained.

---

[Translation done.]

Requested Patent: JP2002038051A  
Title: GLASS FLAKE AND COSMETIC MATERIAL BRENDDED WITH THE SAME ;  
Abstracted Patent: JP2002038051 ;  
Publication Date: 2002-02-06 ;  
Inventor(s): YOKOI KOJI; ISHIZUKA SATOSHI; INO JUICHI ;  
Applicant(s): NIPPON SHEET GLASS CO LTD ;  
Application Number: JP20000230252 20000731 ;  
Priority Number(s): JP20000230252 20000731 ;  
IPC Classification: C09C3/06; A61K7/00; A61K7/02; A61K7/043; C09C1/30 ;  
Equivalents: WO0210291 ;

**ABSTRACT:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a glass flake blended into a cosmetic material or the like that prevents the elution of boron, heavy metals and other components and that does not impair the characteristics as a pigment such as clarity of color, glittering brilliance and pearlescent appearance and the characteristics as a cosmetic raw material such as smooth feeling on the skin and good adhesion to the skin upon application. **SOLUTION:** The glass flake has on its surface a covering layer formed by covering the surface with one or more metal oxides selected from silica, alumina, zirconia, zinc oxide and cerium oxide in order to prevent the elution of a glass component from the glass flake.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-38051

(P2002-38051A)

(43)公開日 平成14年2月6日 (2002.2.6)

(51)Int.Cl.

識別記号

F I

マーク-1(参考)

C 0 9 C 3/06

C 0 9 C 3/06

4 C 0 8 3

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/00

B 4 J 0 3 7

7/02

7/02

N

7/043

7/043

C 0 9 C 1/30

C 0 9 C 1/30

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 11 頁)

(21)出願番号

特願2000-230252(P2000-230252)

(71)出願人 000004008

日本板硝子株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号

(22)出願日 平成12年7月31日 (2000.7.31)

(72)発明者 横井 浩司

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(72)発明者 石塚 聰

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(74)代理人 100069084

弁理士 大野 精市

最終頁に統く

(54)【発明の名称】 ガラスフレーク、およびそれを配合した化粧料

(57)【要約】

【課題】 化粧料等に配合されるガラスフレークにおいて、ホウ素や重金属、その他の成分の溶出を防止し、しかも、顔料としての特性（色、輝度、パール感）や、化粧品原料としての特性（肌上でのすべり感、フィット感）が損なわれないガラスフレークを提供する。

【解決手段】 表面に、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物によるガラス成分溶出防止被覆を形成したことを特徴とするガラスフレークである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物によるガラス成分溶出防止被覆を形成したことを特徴とするガラスフレーク。

【請求項2】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、0.1～30%で被覆されているガラスフレーク。

【請求項3】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、0.5～25%で被覆されているガラスフレーク。

【請求項4】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、1～20%で被覆されているガラスフレーク。

【請求項5】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、金属塩法により形成されているガラスフレーク。

【請求項6】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記ガラスフレークは、予め無機材料による機能性膜が施されており、その上に前記金属酸化物が被覆されているガラスフレーク。

【請求項7】 請求項6に記載のガラスフレークにおいて、前記機能性膜はチタニアからなり、パール調の色調を有しているガラスフレーク。

【請求項8】 請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記ガラスフレークは、平均厚みが0.1～2.5μm、平均粒径が1～300μm、アスペクト比が10～500であるガラスフレーク。ただしアスペクト比は、平均粒径/平均厚みとして定義される。

【請求項9】 請求項1から8のいずれかに記載のガラスフレークが配合されたことを特徴とする化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、ガラスフレーク、およびそれを配合した化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】ガラスフレークは、その厚みがミクロンオーダーの非常に細かいガラス材料である。

【0003】このガラスフレークは、例えば、表面にチタニアが被覆されると、パール調の色調を呈する。このパール調のガラスフレークを、化粧料や樹脂に配合することによって、パール調を有する商品が提供されている。

【0004】例えば、特開昭62-187770号には、ガラスフレークに微粒子酸化チタンをコーティング

してなる紫外線遮蔽顔料が記載されている。ただし、真珠光沢感が事実上発現しない量の酸化チタンをコーティングしている。このガラスフレークは、化粧品原料として有用であることが記載されている。

【0005】また、特開平11-130978号には、表面に50～250オングストローム厚さのルチル型TiO<sub>2</sub>層を有するガラスフレークが開示されている。このガラスフレークは、パール調樹脂組成物や、塗料に使用するパール調顔料として用いられることが記載されている。

【0006】ところで、特開平5-306134号と特開平5-306143号には、金属被覆フレーク状ガラスが開示されている。これら公報には、この金属被覆フレーク状ガラスとして、具体的には、金属被覆フレーク状ガラスのみならず、これにゾルゲル法によるSiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>などの材料で被覆した金属被覆フレーク状ガラスにも適用できる、とある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】ミクロンオーダーの材料であるガラスフレークは、比表面積（単位質量あたりの表面積）が非常に大きいため、そのガラス成分や加工の際に添加あるいは付与された成分の外界への溶出が起こる。このため、安全性や特性に問題を生じたり、溶出成分が他の接触する材料に影響を及ぼし、このガラスフレークが使用できない場合などが生じている。

【0008】また化粧料においては、近年、安全に対する要求が高まってきており、前記チタニアをコーティングしたガラスフレークを配合した化粧料を肌上へ塗布した際、母材のガラスフレークの構成成分のうち、酸化ホウ素の溶出が懸念される。

【0009】ところで、ガラスフレークの種類としては、日本板硝子株式会社製のCガラスフレークとEガラスフレークがあるが、酸化ホウ素をCガラスは0～8%、Eガラスは5～13%含有している（日本板硝子株式会社、マイクロガラスのカタログによる）。

【0010】また、厚生省薬務局審査課監修による「化粧品種別配合成分規格」（株式会社薬事日報社、平成9年4月18日発行）によれば、「塗化ホウ素」の項目に溶出ホウ素量20ppm以下という規定が載っている。

【0011】なお、パール調ガラスフレークの母材であるガラスに関しては、同規格の“ガラス末”に溶出ホウ素量の規定はない。しかし安全上の観点から、溶出量は少ないことに越したことはない。

【0012】また酸化チタンには、アナターゼ型やルチル型の結晶系がある。屈折率が高く、より強いパール調を示すルチル型酸化チタンを、母材表面にコーティングする場合には、触媒としてスズが使用される場合がある。スズは重金属であり、安全性に問題がある。

【0013】このようなガラスフレークにおいて、ガラス成分に含まれる酸化ホウ素、種々の機能を付与する際

に用いられた重金属など、その他の成分の溶出を防止することが重要である。

【0014】しかしながら、溶出を防止する手段を施した結果、顔料としての特性（色、輝度、パール感）や、化粧品原料としての特性（肌上でのすべり感、フィット感）が損なわれてはいけない。

【0015】前述した特開平11-130978号では、 $TiO_2$ 層を有するガラスフレークが開示されているが、 $TiO_2$ 層ではガラス成分の溶出を防止することができない。

【0016】また、特開平5-306134号と特開平5-306143号に開示された、保護被覆層をコーティングした金属被覆フレーク状ガラスにおいて、保護被覆層は、金属被覆が酸化し、色調が変化するのを防ぐために設けられたものである。

【0017】そこで本発明は、ガラス成分の溶出、さらには種々の機能を付与する際に用いられた成分の溶出を防止することができるガラスフレークの提供を目的とする。

#### 【0018】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記化粧品原料としての安全性、特性、顔料としての特性に鑑み銳意検討した結果、ガラスフレークの表面を、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物で被覆することにより、ガラス中のホウ素や触媒としてのスズ等の成分の溶出を防止できることを見いだした。

【0019】またガラスフレークを前記金属酸化物で被覆しても、パール調顔料としての色や輝度などの特性や、すべり感やフィット感を損なうことはない。したがって、本発明によるガラスフレークは、化粧品原料として使用可能であり、しかも安全性に優れている。

【0020】すなわち本発明は、請求項1の発明として、表面に、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物によるガラス成分溶出防止被覆を形成したことを見いだした。

【0021】請求項2の発明として、請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、0.1～30%で被覆されているガラスフレークである。

【0022】請求項3の発明として、請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、0.5～25%で被覆されているガラスフレークである。

【0023】請求項4の発明として、請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記被覆は、被覆前のガラスフレークに対して、質量%で、1～20%で被覆されているガラスフレークである。

【0024】請求項5の発明として、請求項1に記載の

ガラスフレークにおいて、前記被覆は、金属塩法により形成されているガラスフレークである。

【0025】請求項6の発明として、請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記ガラスフレークは、予め無機材料による機能性膜が施されており、その上に前記金属酸化物が被覆されているガラスフレークである。

【0026】請求項7の発明として、請求項6に記載のガラスフレークにおいて、前記機能性膜はチタニアからなり、パール調の色調を有しているガラスフレークである。

【0027】請求項8の発明として、請求項1に記載のガラスフレークにおいて、前記ガラスフレークは、平均厚みが0.1～2.5 $\mu m$ 、平均粒径が1～300 $\mu m$ 、アスペクト比が10～500であるガラスフレーク。ただしアスペクト比は、平均粒径/平均厚みとして定義される。

【0028】請求項9の発明として、請求項1から8のいずれかに記載のガラスフレークが配合されたことを特徴とする化粧料である。

【0029】なお、本発明によるガラスフレークの適用分野は、化粧料に限られることなく、以下の分野に適用される。すなわち、食品・化粧品・医薬品の包装や容器の樹脂・フィルム・塗料・インキ等の安全性が要求される用途に適用される、フィラーや顔料として使用することが可能である。

【0030】また、アルカリや微量成分の溶出を嫌うような電子・電気・半導体分野の樹脂、フィルム、塗料、インキ等のフィラーや顔料としても、使用が可能である。

【0031】その他、ガラスフレークそのものや、その加工の際の微量添加成分等の溶出が問題となっていた分野において、利用可能である。

#### 【0032】

【発明の実施の形態】本発明に適用される、ガラス成分溶出防止被覆を形成前のガラスフレークとしては、特に限定はされない。化粧品原料として使用することを考慮すると、以下の組成・形状を有するガラスフレークが好適に使用される。すなわち、母材がシリカ( $SiO_2$ )を45～75質量%含有し、平均厚さが0.1～2.5 $\mu m$ 、平均粒径が1～300 $\mu m$ 、アスペクト比が10～500であるガラスフレークである。ここでアスペクト比は、“平均粒径/平均厚み”として定義される。

【0033】なお、このガラスフレーク表面に、予めチタニアを被覆し、パール調の色調を有したガラスフレークとしてもよい。

【0034】このガラスフレークの表面に、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物の被覆を形成することにより、後述する実施例より明らかのように、ガラス成分の溶出を防止することができた。また化粧料に配

合しても、金属酸化物の被覆を形成したことによって、色・輝度やすべり感・フィット感を損なうことのないガラスフレークである。

【0035】また、後述する実施例より明らかなように、ガラス成分のみならず、ルチル型酸化チタンをコーティングする際に触媒として用いられるスズの溶出も、防止することができた。

【0036】金属酸化物で被覆する量としては、被覆前のガラスフレークに対して、質量割合で、0.1～30%程度の被覆を施すことが好ましい。この量が0.1質量%以下では溶出防止効果が小さい。

【0037】一方、シリカの被覆量が30質量%を越えると、被覆にクラックが入り剥がれやすくなる。また、被覆形成のために使用する原料が嵩み、コスト高になる。また、例えばチタニアをコーティングしたパール調ガラスフレークでは、被覆量30質量%を越えると、パール調ガラスフレークとしての光輝感が少なくなり、光輝性顔料としての効果が薄れてしまう。

【0038】シリカの被覆量としては、0.5～25質量%がより好ましく、1～20質量%が最も好ましい。

【0039】被覆層の形成方法としては、金属塩から酸化物を粉体表面に析出させる方法、ゾルゲル法、CVD法、LPD法等、一般的な方法を用いることができる。

【0040】シリカ膜の形成法としては、例えば以下の方法が例示できる。すなわち、特公昭46-9555号に示されたように、珪酸ナトリウム(水ガラス)をアルカリ下で粉体スラリーに添加し、粉体表面にシリカを析出させる方法(金属塩法)である。

【0041】また、特公昭48-32415号に示されたように、粉体とテトラアルコキシシランとの混合物を塩基性溶液中に投入し、テトラアルコキシシランの加水分解により粉体表面にシリカの皮膜を形成させる方法(ゾルゲル法)である。

【0042】さらに、特開平3-066764号に示されたように、珪酸化水素酸溶液中に粉体を懸濁させ、ホウ酸やアルミニウムを添加したり温度を上昇させて平衡をずらし、粉体上にシリカを形成させる方法(LPД法)である。

【0043】その他のアルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウム等の金属酸化物による被覆についても、原料を変更するだけで、同様の方法で被覆を形成することができる。

【0044】この被覆は一層でもよいし、多層構造でもよい。さらには、原料を混合し2種以上の金属酸化物の複合体をなす被覆としてもよい。この場合、ガラスフレークを他のものと混合する場合の他の材料とのなじみを良くする目的や、屈折率を合わせる目的で、適切な金属酸化物の組み合わせが選択されるといい。

【0045】この金属酸化物を被覆してなるパール調ガラスフレークを、化粧品に配合すると、ガラス成分が溶

出することがなくなる。しかも、くすみがなく澄んだ発色を示し、ざらつき感がなく、肌へののび、付着感の優れた化粧料となる。

【0046】このパール調ガラスフレークの化粧料への配合量は、化粧料全量中の1～100質量%である。なお配合量100%とは、パール調ガラスフレークをそのまま化粧料として用いる場合で、例えば、パール調ガラスフレークをファンデーションをつけた上にふりかけるような用途である。

【0047】本発明のガラスフレークが適用される化粧料としては、フェーシャル化粧料、メーキャップ化粧料、ヘア化粧料等幅広い範囲の化粧料が挙げられる。例えば、ファンデーション、粉白粉、アイシャドー、ブラッシャー、化粧下地、ネイルエナメル、アイライナー、マスカラ、口紅、ファンシーパウダー等のメーキャップ化粧料に、好ましく適用される。

【0048】このパール調ガラスフレークは、化粧料の目的に応じて適宜疎水化処理を行ってもよい。疎水化処理の方法としては、メチルハイドロジェンポリシロキサン、高粘度シリコーンオイル、シリコーン樹脂等のシリコーン化合物による処理、アニオン活性剤、カチオン活性剤等の界面活性剤による処理、ナイロン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、フッ素樹脂、ポリアミノ酸等の高分子化合物による処理、パーカルオロ基含有化合物、レシチン、コラーゲン、金属石鹼、親油性ワックス、多価アルコール部分エステル又は完全エステル等による処理等の方法、さらにはこれらの複合処理が挙げられる。ただし、一般に粉末の疎水化処理に適用できる方法であればよく、これらの方に限定されるものではない。

【0049】本発明の化粧料には、前記のパール調ガラスフレークのほかに、通常化粧料に用いられる他の成分を必要に応じて適宜配合することができる。他の成分としては、無機粉末、有機粉末、顔料、色素、油性成分、有機溶剤、樹脂や可塑剤などが挙げられる。

【0050】例えば、無機粉末としては、タルク、カオリン、セリサイト、白雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、バーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪ソウ土、珪酸マグネシウム、珪酸カルシウム、珪酸アルミニウム、珪酸バリウム、硫酸バリウム、珪酸ストロンチウム、タンゲステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミックスパウダー等が挙げられる。

【0051】また有機粉末としては、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ四フ化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンポリマーパウダー、エポキシパウダー、アクリルパウダー等が挙げられる。

【0052】顔料としては、微結晶性セルロース等の酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料や、酸化鉄(ベン

ガラ)、チタン酸鉄等の無機赤色系顔料や、 $\alpha$ 酸化鉄等の無機褐色系顔料や、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料や、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色系顔料や、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色系顔料や、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料や、群青、紺青等の無機青色系顔料や、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、着色酸化チタン被覆雲母等のパール顔料や、アルミニウムパウダー、カッパーパウダー等の金属粉末顔料等が挙げられる。

【0053】色素としては、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号及び青色404号等の有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号のジルコニウム、バリウム、又はアルミニウムレーキ等の有機顔料、クロロフィル、 $\beta$ -カロテン等の天然色素等が挙げられる。

【0054】さらには油性成分として、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オケゾライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチン酸ミリスチル、ミンク油、ラノリン等の各種炭化水素、シリコーン油、高級脂肪酸、油脂類のエステル類、高級アルコール、ロウ等が挙げられる。

【0055】また、アセトン、トルエン、酢酸ブチル、酢酸エステル等の有機溶剤、アルキド樹脂、尿素樹脂等の樹脂、カンファ、クエン酸アセチルトリプチル等の可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、界面活性剤、保湿剤、香料、水、アルコール、増粘剤等が挙げられる。

【0056】本発明による化粧料としては、粉末状、ケーキ状、ベンシリ状、スティック状、軟膏状、液状、乳液状、クリーム状等の形態を挙げることができる。

【0057】

【実施例】以下に実施例及び比較例を示してこの発明をより詳細に説明するが、この発明の要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【0058】(実施例1)～(実施例8)まずパール調ガラスフレークを作製した。すなわち、Cガラスを12

00°Cで溶融し、円筒形にブロードし、延伸薄膜化して冷却固化することにより、所定の厚みに薄片化した。これを粉碎分級して、所定の厚み、粒径、アスペクト比を持ったガラスフレークを作製した。そのガラスフレークを、硫酸チタニル溶液中に懸濁させ、この懸濁液を加熱し1時間沸騰させることにより、ガラスフレーク表面に種々の厚みのチタニアを被覆させた。これを沪過水洗後、乾燥し、さらに600°Cで30分間熱処理して、パール調ガラスフレークを得た。

【0059】被覆するチタニアの厚みによって発色が異なる。さらに、母材の厚み・粒径により比表面積が異なるので、その結果、被覆厚みも異なってくる。このため、適宜チタニア被覆ガラスフレークを懸濁液中からサンプリングし、その色目を見ながら、硫酸チタニルの添加量を加減し、任意の色調のパール調ガラスフレークを得た。

【0060】得られたパール調ガラスフレークに、以下の方法でシリカを被覆した。すなわち、パール調ガラスフレーク50gを精製水0.5リットルに懸濁させ、ウォーターバスで75°Cに保ち、そこに珪酸ナトリウム溶液(シリカ分37.1%、和光純薬製)をシリカ分として、パール調ガラスフレークに対し所定の質量%になるように秤量し、精製水で10倍に希釈したものをゆっくりと添加した。この際3.5%塩酸で、懸濁液のpHを9.2～9.4に保ちながら進めた。添加後、75°Cで30分間攪拌を続けた。

【0061】その後、懸濁液を沪紙で沪過し粉体固形物を取り出し、水洗してpHを中性にした後、さらに100°Cで2時間乾燥し、シリカ被覆されたパール調ガラスフレークを得た。

【0062】作製した種々の質量割合のシリカ被覆された種々の厚み、粒径、アスペクト比を持つパール調ガラスフレークを以下の方法で評価した。

【0063】〈ホウ素溶出量〉化粧品種別配合成分規格“塗化ホウ素”的純度試験(4)溶出ホウ素量の方法に準じて試験溶液を調製し、それを原子吸光法で定量分析した。

【0064】試験溶液の調整法は以下の通りである。

(1) 試験サンプル2.5gをフッ素樹脂製ビーカーにとり、エタノール10mlを加えてよくかき混ぜ、さらに水40mlを加えてよくかき混ぜた後、フッ素樹脂製時計皿をのせ、ホットプレート上で1時間加熱する。

(2) 放冷後、沪過し、残留物を少量の水で洗い、洗液を沪液に合わせる。

(3) この液をさらにメンブランフィルター(0.22 $\mu$ m)で沪過する。

(4) 沪液全量をフッ素樹脂製ビーカーにとり、硫酸1mlを加え、ホットプレート上で10分間煮沸する。

(5) 放冷後、この溶液をポリエチレン製メスフラスコに入れ、フッ素樹脂製ビーカーを少量の水で洗い、ポリ

エチレン製メスフラスコに合わせた後、水を加えて正確に50mlとし、これを試験溶液とする。

【0065】〈色差、明度の測定〉サンプル5gを、アクリル樹脂(日本ペイント株式会社製、アクリルオートクリアースパー)45g(固形分質量)に混ぜ、ペイントシェーカーで十分に攪拌混合し、9ミルのアクリケーターでこの混合溶液を隠蔽測定紙上に塗布して、塗装膜を形成させた。

【0066】この塗装膜を、ミノルタ社製CR300色彩差計で色相(a値、b値)、明度(L値)を測定し、シリカを被覆しないパール調ガラスフレーク(a<sub>0</sub>、b<sub>0</sub>、L<sub>0</sub>)との色差を、下記の式により求めた。

【化1】

$$\text{色差}\Delta E = \sqrt{(a - a_0)^2 + (b - b_0)^2 + (L - L_0)^2}$$

【0067】また、この塗膜を目視で観察し、光輝感を以下の基準で表した。

◎：非常にきらきらした輝くような光輝感がある

○：きらきらした光輝感がある。

△：多少光輝感がある。

×：あまり光輝感が感じられない。

【0068】このようにして作製したシリカ被覆パール調ガラスフレークと、シリカを被覆しないパール調ガラスフレークのホウ素溶出量の測定結果を表1に示す。さらにシリカ被覆パール調ガラスフレークにおける色差△Eの測定結果を、表1に併せて示す。

シリカを被覆したパール調ガラスフレークの諸特性

実施例	1	2	3	4	5	6
平均厚み(μm)	2.3	2.3	2.3	1.3	0.4	0.6
平均粒径(μm)	450	80	40	25	40	80
アスペクト比	196	35	17	19	100	113
反射色	シルバー	シルバー	シルバー	黄	緑	緑
シリカ質量%	1	3	3	3	6	15
ホウ素溶出量ppm	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
色差△E	0.5	1.3	1.0	1.5	2.0	2.5
光輝感	◎	◎	◎	◎	◎	◎

  

実施例	7	8	比較例	1	2	3
平均厚み(μm)	2.3	1.3		2.3	1.3	1.3
平均粒径(μm)	450	80		80	80	80
アスペクト比	196	62		35	62	62
反射色	青	赤		シルバー	赤	赤
シリカ質量%	3	20		0	0	50
ホウ素溶出量ppm	n.d.	n.d.		36	26	n.d.
色差△E	1.2	2.8		-	-	4.5
光輝感	◎	◎		◎	◎	○

注) n.d. : 定量下限(0.25ppm)以下

【0073】(実施例9)～(実施例14)前述した実施例の方法で作製したガラスフレークを、以下の方法で処理し、スズ含有パール調ガラスフレークを作製した。すなわち、平均厚み1.3μm、平均粒径80μmのCガラスフレーク100gを、希塩酸でpH2に調整した塩化第一スズ・二水和物200ppm溶液1リットルに添加し、10分間攪拌後、沪過した。次にヘキサクロロ白金酸・六水和物15ppm溶液1リットルに、前記ガラスフレークを添加し、10分間攪拌後、沪過した。

【0074】続いて、塩酸でpHを約1とした水溶液1リットルに、前記処理をしたガラスフレークを添加し、溶液温度を75°Cまで昇温した。そこに四塩化チタン(TiCl<sub>4</sub>)溶液をゆっくりと添加し、酸化チタンを被覆させた。このとき、水酸化ナトリウムを適宜添加し、pHが変化しないようにした。その後、沪過水洗、乾燥し、さらに600°Cで30分間熱処理して、パール調ガラスフレークを得た。この方法では、ルチル型チタニアが析出していた。

【0075】前述した実施例の説明と同様の理由により、適宜チタニア被覆ガラスフレークを懸濁液中からサンプリングし、その色目を見ながら、四塩化チタンの添加量を加減し、任意の色調のパール調ガラスフレークを得た。

【0076】得られたパール調ガラスフレークを、前述した実施例1と同様の方法でシリカを被覆し、ホウ素溶出量、スズ溶出量(測定法は以下の通りである)、シリカを被覆しない場合のパール調ガラスフレークとの色差を測定し、また光輝感を観察した。その結果を表2に示す。

【0077】〈スズ溶出量〉化粧品種別配合成分規格“ガラス末”純度試験(3)鉛の方法に準じて試験溶液を調製し、それをICPで定量分析した。すなわち、サンプル1.0gをとり、水30ml及び塩酸3mlを加え、20分間煮沸した後、沪過する。残留物を少量の

水で洗い、洗液を沪液に合わせ、これを試験溶液とし、ICPで定量分析した。

【0078】(比較例4)～(比較例6)比較例として、前述した実施例10および13と同様で、シリカを被覆しないパール調ガラスフレーク(比較例4, 5)と、前述した実施例13と同様で、前述した実施例の方法で、50質量%のシリカを被覆したパール調ガラスフレーク(比較例6)における、ホウ素溶出量、スズ溶出量、および色差ΔE、光輝感の測定結果を、同様に表2に示した。

【0079】表より、シリカを被覆したパール調ガラスフレークは、すべてホウ素の溶出量がn.d.(定量下限0.25ppm以下)であり、認められる溶出が起こっていないことが分かった。これに対し、シリカを被覆していない比較例4, 5においては、ホウ素の溶出量が20ppmを越えており、化粧品種別配合成分規格“窒化ホウ素”純度試験(4)溶出ホウ素量の規格20ppmを越えている。

【0080】また、スズの溶出量については、シリカを被覆したパール調ガラスフレークは8～15ppmであり、シリカを比較していない比較例4, 5が20ppmを越えているのに対し、溶出量がかなり防止されていることが分かった。

【0081】また、シリカの被覆量が1～30質量%であれば、シリカを被覆しない場合と比較して、色差ΔEが3以下であり、大きな色相変化がなく、元のパール調ガラスフレークと同じ様に顔料として使用できる。これに対しシリカを50質量%被覆した比較例3においては、ΔEが4.1あり、見た目で色の差があることが認識できる。元のパール調ガラスフレークと同様な配合で使用すると、色が異なってしまう。

【0082】

【表2】

各種形状のスズ含有チタニア被覆ガラスフレークの諸特性

実施例	9	10	11	12	13	14
平均厚み(μm)	2.3	2.3	2.3	1.3	1.3	0.6
平均粒径(μm)	450	80	40	25	80	80
アスペクト比	196	35	17	19	62	113
反射色	シルバー	シルバー	シルバー	黄	赤	緑
シリカ質量%	1	3	3	3	6	15
ホウ素溶出量ppm	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
スズ溶出量ppm	8	6	6	15	12	18
色差ΔE	0.4	1.0	1.0	1.3	1.8	2.6
光輝感	◎	◎	◎	◎	◎	◎
比較例	4	5	6			

平均厚み(μm)	2.3	1.3	1.3
平均粒径(μm)	80	80	80
アスペクト比	35	62	62
反射色	シルバー	赤	赤
シリカ質量%	0	0	50
ホウ素溶出量ppm	33	28	n.d.
スズ溶出量ppm	22	26	11
色差△E	-	-	4.1
光輝感	◎	◎	○

注) n.d. : 定量下限(0.25ppm)以下

【0083】(実施例15) 平均厚み1.3μm、平均粒径80μmの赤色呈色パール調ガラスフレーク50gを精製水0.5リットルに懸濁させ、ウォーターパスで75℃に保ち、そこに珪酸ナトリウム溶液(シリカ分37.1%、和光純薬製)4g(シリカ分としてパール調ガラスフレークに対し3質量%)を精製水で10倍に希釈したものをゆっくりと添加した。この際3.5%塩酸で懸濁液のpHを9.2~9.4に保ちながら進めた。添加後、75℃で30分間攪拌を続け、シリカを被覆した。

【0084】その後、塩化アルミニウム6水和物1.8g(アルミナとしてパール調ガラスフレークに対し2質量%)を精製水で20倍希釈した溶液を、ゆっくりと滴下した。このとき、5%水酸化ナトリウム水溶液でpHを5.3~5.7に保ちながら進めた。添加後、75℃で30分間攪拌を続けアルミナを被覆した。その後、懸濁液を沪紙で沪過し粉体固形物を取り出し、水洗してpHを中性にした後、100℃で2時間乾燥した。こうして、シリカ被覆とアルミナ被覆の2層からなる被覆を形成したパール調ガラスフレークを得た。

【0085】このパール調ガラスフレークのホウ素溶出量は、n.d.(定量下限0.25ppm以下)であった。また、被覆していないパール調ガラスフレークとの色差△Eは1.8であり、目に見えるほどの色差はなかった。

【0086】(実施例16) ジルコニウムフッ化水素酸

2モルに精製水100mlを混合し35℃に保ち、そこに平均厚み1.3μm、平均粒径80μmの赤色呈色パール調ガラスフレーク10gを添加し、2時間攪拌した。その後、懸濁液を沪紙で沪過し粉体固形物を取り出し、水洗してpHを中性にした後、100℃で2時間乾燥し、ジルコニアで被覆されたパール調ガラスフレークを作製した。

【0087】このL.P.D法による方法では、添加したジルコニウムフッ化水素酸の反応物のすべてが粉体表面に被覆するわけではないので、被覆量を調べるために電子顕微鏡で観察した。その結果、ジルコニアの被覆厚みは約50nmであった。これから被覆量を計算したところ、約17質量%であった。

【0088】このジルコニアで被覆されたパール調ガラスフレークのホウ素溶出量は、n.d.(定量下限0.25ppm以下)であった。また、ジルコニウムを被覆しないパール調ガラスフレークとの色差△Eは1.5であり、目に見えるほどの色差はなかった。

【0089】次に、金属酸化物で被覆されたガラスフレーク(パール調ガラスフレーク)を、真珠光沢顔料として配合した化粧料について、以下に説明する。化粧料の評価は、パネラー10人により1~5の5段階の官能評価を、表3の項目について行った。

【0090】

【表3】

評価項目 評価	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
1	悪い	ない	ない	ない	汚い
2	やや悪い	ややない	ややない	あまりない	ややくすむ
3	普通	普通	普通	ややある	普通
4	ややよい	ややある	ややある	ある	きれい
5	よい	非常にある	非常にある	非常に高い	非常にきれい

【0091】結果は10名の5段階評価の平均値で下記のように表した。

◎…4.5以上5.0まで  
○…3.5以上4.5未満

●…2. 5以上3. 5未満

△…1. 5以上2. 5未満

×…1. 0以上1. 5未満

(1) 酸化チタン	7
(2) タルク	20
(3) 白雲母	3
(4) 実施例2のパール調ガラスフレーク	55
(5) ナイロンパウダー	2
(6) 赤色酸化鉄	0.5
(7) 黄色酸化鉄	1
(8) 黒色酸化鉄	0.1
(9) シリコンオイル	1
(10) パルミチン酸2-エチルヘキシル	9
(11) セスキオレイン酸ソルビタン	1
(12) 防腐剤	0.3
(13) 香料	0.1 (質量%)

【0093】成分(1)～(8)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対して成分(9)～(13)を加熱溶解混合したものを添加混合した後、パルベライザーで粉碎し、これを直径5.3mmの中皿に、0.1568Pa(=160kg/cm<sup>2</sup>)の圧力で成形し、パウダーファンデーションを得た。

【0094】(比較例7) 実施例17の処方中、成分(4)のパール調ガラスフレークを、比較例1のパール調ガラスフレークに置換したものを、比較例7として、

【0092】(実施例17:パウダーファンデーション) 以下に示す各成分からなるパウダーファンデーションを調製した。

(1) 酸化チタン	7
(2) タルク	20
(3) 白雲母	3
(4) 実施例2のパール調ガラスフレーク	55
(5) ナイロンパウダー	2
(6) 赤色酸化鉄	0.5
(7) 黄色酸化鉄	1
(8) 黒色酸化鉄	0.1
(9) シリコンオイル	1
(10) パルミチン酸2-エチルヘキシル	9
(11) セスキオレイン酸ソルビタン	1
(12) 防腐剤	0.3
(13) 香料	0.1 (質量%)

実施例17と同様にして作製した。実施例17と比較例7の官能試験の結果を表3に示す。

【0095】表3より、本発明によるパウダーファンデーションは、すべての面において、シリカを被覆していないパール調ガラスフレークを配合したパウダーファンデーションと差がなく、のび、密着感、滑らかさ、光輝感、色のきれいさで優れていることが分かった。

【0096】

【表4】

	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例17	○	○	○	◎	◎
比較例7	○	○	○	◎	◎

【0097】(実施例18:ブラッシャー) 以下の各成

分からなるブラッシャーを調製した。

(1) タルク	12.6
(2) 絹雲母	8.1
(3) マイカ	25.4
(4) 実施例2のパール調ガラスフレーク	45.0
(5) 赤色226号	0.4
(6) スクワラン	3.0
(7) パルミチン酸2-エチルヘキシル	5.0
(8) 防腐剤	0.3
(9) 香料	0.2 (質量%)

【0098】成分(1)～(5)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対して成分(6)～(9)を加熱溶解混合したものを吹き付けさらに混合した後、パルベライザーによって粉碎し、4×6cmの中皿に、0.1176Pa(=120kg/cm<sup>2</sup>)の圧力で成形して、本発明にかかるブラッシャーを得た。

【0099】(比較例8) 実施例18の処方中、成分(4)のパール調ガラスフレークを、比較例1のパール調ガラスフレークに置換したものを、比較例8として、

実施例18と同様にして作製した。実施例18と比較例8の官能試験の結果を表5に示す。

【0100】表5より、本発明によるブラッシャーは、すべての面において、シリカを被覆していないパール調ガラスフレークを配合したブラッシャーと差がなく、のび、密着感、滑らかさ、光輝感、色のきれいさで優れていることが分かった。

【0101】

【表5】

	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例18	○	○	○	◎	◎
比較例8	○	○	○	◎	◎

【0102】(実施例19:ネイルエナメル)以下の成

分からなるネイルエナメルを調製した。

(1) ニトロセルロース	12
(2) 变成アルキド樹脂	12
(3) クエン酸アセチルトリプチル	5
(4) 酢酸n-ブチル	36.4
(5) 酢酸エチル	6
(6) n-ブチルアルコール	2
(7) トルエン	21
(8) 酸化鉄顔料	0.5
(9) 二酸化チタン	0.1
(10) 実施例8のパール調ガラスフレーク	3
(11) マイカ	1
(12) 有機変成モンモリロナイト	1 (質量%)

【0103】成分(1)～(7)(ただし成分(4)は一部分)を溶解し、この溶液に成分(12)と成分(4)の残部とを混合してゲル状にしたものを添加混合し、さらに成分(8)～(11)を添加混合し、容器に充填し、本発明にかかるネイルエナメルを得た。

較例9の官能試験の結果を表6に示す。

【0104】(比較例9)実施例19の処方中、成分(10)のパール調ガラスフレークを、比較例9のパール調ガラスフレークに置換したものを、比較例9とし

【0105】表6より、本発明によるネイルエナメルは、すべての面において、シリカを被覆していないパール調ガラスフレークを配合したネイルエナメルと差がなく、のび、密着感、滑らかさ、光輝感、色のきれいさで優れていることが分かった。

て、実施例19と同様にして作製した。実施例19と比

【0106】

【表6】

	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例19	○	○	◎	◎	◎
比較例9	○	○	◎	◎	◎

【0107】

【発明の効果】以上の説明から明らかのように、ガラスフレークの表面に、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化セリウムから選ばれた1種または2種以上の金属酸化物によるガラス成分溶出防止被覆を形成したことにより、ガラスフレークのガラス成分の溶出を防止することができた。また、チタニア被覆形成の際に使用

されるスズの溶出も防止することができた。

【0108】したがって、本発明によるガラスフレークは、安全な材料として使用することができる。しかもこのガラスフレークを化粧料原料としても、従来のガラスフレークと遜色のない、くすみがなく澄んだ発色を示し、ざらつき感がなく、肌へののび、付着感の優れる化粧料が得られる。

フロントページの続き

(72)発明者 猪野 寿一

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(11) 2002-38051 (P2002-38051A)

Fターム(参考) 4C083 AB171 AB172 AB211 AB212  
AB221 AB222 AB232 AB241  
AB242 AB432 AB442 AC022  
AC032 AC102 AC352 AC372  
AC442 AC862 AD072 AD092  
AD152 AD262 CC01 CC12  
CC28 DD23 EE06  
4J037 CA08 CA12 CA24 DD05 DD09  
DD10 EE03 FF03 FF26